

BEST AVAILABLE COPY**PATENT ABSTRACTS OF JAPAN**

(11)Publication number : 2001-026460

(43)Date of publication of application : 30.01.2001

(51)Int.Cl.

C03C 15/00
C03C 3/087
C03C 15/02
C03C 19/00
C03C 21/00
G11B 5/73
G11B 5/84

(21)Application number : 2000-139675

(71)Applicant : NIPPON SHEET GLASS CO LTD

(22)Date of filing : 12.05.2000

(72)Inventor : KURACHI JUNJI
KOYAMA AKIHIRO
YAMAMOTO NOBUYUKI
SAITO YASUHIRO
MITANI KAZUISHI
ATAKA KOICHI
MATSUNO YOSHIHIRO

(30)Priority

Priority number : 11132371 Priority date : 13.05.1999 Priority country : JP

(54) GLASS SUBSTRATE FOR INFORMATION RECORDING MEDIUM, ITS PRODUCTION AND INFORMATION RECORDING MEDIUM**(57)Abstract:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a glass substrate high in cleanliness and smoothness and suitable for high density recording by specifying the acid resistance of the glass substrate and the average surface roughness of the recording surface of the glass substrate.

SOLUTION: At least one of the surfaces of the glass substrate is used as the recording surface, and the glass substrate has the acid resistance such that the etching rate is not more than 45 nm/min when it is brought into contact with 0.1 wt.% hydrofluoric acid at 50° C and the average surface roughness Ra of the recording surface is less than 0.3 nm. The glass composition satisfying an etching rate condition in the case of 0.1 wt.% hydrofluoric acid is preferably comprised of, by molar percentage, 63 to 70% SiO₂, 4 to 11% Al₂O₃, 5 to 11% Li₂O, 6 to 14% Na₂O, 0 to 2% K₂O, 0 to 6% MgO, 1 to 9% CaO, 0 to 3% SrO, 0 to 2% BaO, 0 to 5% TiO₂, and 0 to 2.5% ZrO, with the proviso that the difference of the amounts of SiO₂ and Al₂O₃ (SiO₂-Al₂O₃) is not less than 56.5% and the amount of RO (RO=MgO+CaO+SrO+BaO) is 2 to 15%.

【物件名】 刊行物 4

【添付書類】
11 079

刊行物 4

(18)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-26460

(P2001-26460A)

(43)公開日 平成13年1月30日 (2001.1.30)

(51)Int.Cl'

C 03 C 15/00
3/087
15/02
19/00
21/00

識別記号

101

F I

C 03 C 15/00
3/087
15/02
19/00
21/00

データード(参考)

B

Z

審査請求 未請求 請求項の数15 OL (全 11 頁) 最終頁に統く

(21)出願番号

特願2000-139675(P2000-139675)

(22)出願日

平成12年5月12日 (2000.5.12)

(31)優先権主張番号

特願平11-132371

(32)優先日

平成11年5月13日 (1999.5.13)

(33)優先権主張国

日本 (JP)

(71)出願人

000004008
日本板硝子株式会社
大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号

(72)発明者

倉知 淳史
大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号

(72)発明者

小山 昭浩
大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号

(74)代理人

100085257
弁理士 小山 有

最終頁に統く

(54)【発明の名称】 情報記録媒体用ガラス基板、情報記録媒体用ガラス基板の製造方法及び情報記録媒体

(57)【要約】

【課題】 酸処理により容易に高清浄度、高平滑性が得られる情報記録媒体用ガラス基板を提供する

【解決手段】 酸処理後のアルカリ洗浄において基板の平滑性(表面平均粗さ)を $R_a < 0.3 \text{ nm}$ に保つためには、耐酸性の指標として、基板用ガラスの温度50°Cにおける0.1重量%フッ酸水溶液によるエッチングレートが45nm/min以下であることが必要である。

(2)

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも一面側を記録面とした情報記録媒体用ガラス基板において、このガラス基板の耐酸性は、温度50℃、濃度0.1wt%のフッ酸に接触させた時のエッチングレートが45nm/min以下で、且つガラス基板の少なくとも記録面の平均面粗さ（Ra）は、Ra<0.3nmであることを特徴とする情報記録媒体用ガラス基板。

【請求項2】 少なくとも一面側を記録面とした情報記録媒体用ガラス基板において、このガラス基板の耐酸性は、温度50℃、濃度0.1wt%のフッ酸に接触させた時のエッチングレートが30nm/min以下で、且つガラス基板の少なくとも記録面の平均面粗さ（Ra）は、Ra<0.3nmであることを特徴とする情報記録媒体用ガラス基板。

【請求項3】 請求項1または請求項2に記載の情報記録媒体用ガラス基板において、記録面内で任意に選んだ50μm×50μmのエリア内での高さ3nm以上の凸部の数が500個以下であることを特徴とする情報記録媒体用ガラス基板。

【請求項4】 請求項1乃至請求項3に記載の情報記録媒体用ガラス基板において、このガラス基板はSiO₂とAl₂O₃を含み、それぞれのモル分率（mol%）の差（SiO₂-Al₂O₃）が5.6.5mol%以上であることを特徴とする情報記録媒体用ガラス基板。

【請求項5】 請求項4に記載の情報記録媒体用ガラス基板において、このガラス基板はSiO₂とAl₂O₃を含み、それぞれのモル分率（mol%）の差（SiO₂-Al₂O₃）が5.8.5mol%以上であることを特徴とする情報記録媒体用ガラス基板。

【請求項6】 請求項4または請求項5に記載の情報記録媒体用ガラス基板において、このガラス基板の成分割合（モル分率）は以下の通りであることを特徴とする情報記録媒体用ガラス基板。

SiO₂ : 6.3~7.0mol%

Al₂O₃ : 4~11mol%

Li₂O : 5~11mol%

Na₂O : 6~14mol%

K₂O : 0~2mol%

MgO : 0~6mol%

CaO : 1~9mol%

SrO : 0~3mol%

BaO : 0~2mol%

TiO₂ : 0~5mol%

ZrO₂ : 0~2.5mol%

RO : 2~12mol%

ただし、RO=MgO+CaO+SrO+BaOで、

【請求項7】 請求項4または請求項5に記載の情報記録媒体用ガラス基板において、このガラス基板の成分割合（モル分率）は以下の通りであることを特徴とする情

(特開2001-26460

2

報記録媒体用ガラス基板。

SiO₂ : 6.3~7.0mol%

Al₂O₃ : 6~11mol%

Li₂O : 5~11mol%

Na₂O : 6~14mol%

K₂O : 0~2mol%

TiO₂ : 0~5mol%

ZrO₂ : 0~2.5mol%

RO : 2~12mol%

10 ただし、RO=MgO+CaO+SrO+BaOで、

MgO : 0~4.5mol%

CaO : 2~7.5mol%

SrO : 0~3mol%

BaO : 0~2mol%

その他 : 0~3mol%

【請求項8】 請求項4または請求項5に記載の情報記録媒体用ガラス基板において、このガラス基板の成分割合（モル分率）は以下の通りであることを特徴とする情報記録媒体用ガラス基板。

20 SiO₂ : 6.3~7.0mol%

Al₂O₃ : 6~11mol%

Li₂O : 5~11mol%

Na₂O : 6~14mol%

K₂O : 0~2mol%

TiO₂ : 0~3mol%

ZrO₂ : 0~2mol%

RO : 2~12mol%

ただし、RO=MgO+CaO+SrO+BaOで、

MgO : 0~4.5mol%

CaO : 2~7.5mol%

SrO : 0~3mol%

BaO : 0~2mol%

その他 : 0~3mol%

【請求項9】 請求項1乃至請求項8に記載の情報記録媒体用ガラス基板において、このガラス基板の表面はイオン交換による化学強化が施されていることを特徴とする情報記録媒体用ガラス基板。

【請求項10】 請求項1乃至請求項9に記載の情報記録媒体用ガラス基板において、このガラス基板は酸によって表面の異物が除去された後に、酸処理により形成された表面の異質層をアルカリ処理により除去したこと特徴とする情報記録媒体用ガラス基板。

【請求項11】 温度50℃で濃度0.1wt%のフッ酸に接触させた時のエッチングレートが45nm/min以下となる組成の原料を溶融せしめた後所定形状の基板に成形し、次いで、この基板表面を研磨粉を用いて研磨し、この後、研磨した基板表面を酸洗浄することで基板表面に付着している研磨粉を除去し、更に基板表面をアルカリ洗浄することで表面平均粗さ（Ra）をRa<0.3nmに保つようにしたことを特徴とする情報記録媒体

50

(3)

3

用ガラス基板の製造方法。

【請求項12】 温度50℃で濃度0.1wt%のフッ酸に接触させた時のエッチングレートが30nm/m in以下となる組成の原料を溶融せしめた後所定形状の基板に成形し、次いで、この基板表面を研磨粉を用いて研磨し、この後、研磨した基板表面を酸洗浄することで基板表面に付着している研磨粉を除去し、更に基板表面をアルカリ洗浄することで表面平均粗さ(Ra)をRa<0.3nmに保つようにしたことを特徴とする情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【請求項13】 請求項1または請求項12に記載の情報記録媒体用ガラス基板において、前記酸洗浄に用いる酸は濃度が0.01～5重量%の硫酸であることを特徴とする情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【請求項14】 請求項1または請求項12に記載の情報記録媒体用ガラス基板において、前記酸洗浄に用いる酸は濃度が0.002～1重量%のフッ酸であることを特徴とする情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【請求項15】 請求項1乃至請求項10に記載の情報記録媒体用ガラス基板の表面に磁性層等の記録層を形成したことを特徴とする情報記録媒体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、磁気ディスク等の情報記録媒体用ガラス基板のうち、特に、表面平滑性に優れた高耐酸性ガラス基板に関する。

【0002】

【従来の技術】情報記録媒体用の基板として、一般にはアルミニウム基板が用いられる。しかし、アルミニウム基板は表面の平滑性を上げることが困難な面があり、高密度記録用のディスクには不適である。そこで、表面硬度が高く、研磨により高い平滑性を得られるガラス基板が用いられている。

【0003】情報記録媒体用ガラス基板は、溶融した原料をフロート成形、ロッド成形、プレス成形などの方法により成形し、必要であれば所定の形状に切断した後に、研磨により厚み、表面平滑性を所定の範囲に調整して作製される。さらに、必要に応じてイオン交換などの強化処理が行われる。従って、基板の表面には研磨剤を中心とした微小な異物が付着している。これらの異物は通常の洗浄では完全には除去できないが、従来は大きな問題とはならなかった。しかし今後、媒体の高密度化に伴い、情報記録媒体ヘッドと記録媒体の間隙がより狭くなり、微小な異物であってもヘッドと衝突してエラーやクラッシュの原因になるため、これらをより完全に除去する必要がある。これは容易ではないが、硫酸、フッ酸等、酸を用いて付着物を溶解、または基板表面をエッチングすれば効率的に実施できる。

【0004】化学強化に適したガラス組成として、特公昭46-4271号公報には、重量分率で、1～5%のMgO、0

(3)

4

～5%のK₂O、5～25%のNa₂O、5～25%のAl₂O₃+ZrO₂および、SiO₂から成り、これらの合計が組成全体の80%以上である化学的強化ガラスについて開示されている。しかし、この先行技術に示されたガラスは耐酸性が悪く、異物除去のために酸処理を用いることはできない。

【0005】耐酸性を向上させた化学強化ガラスとして、特開平5-32431号公報には、重量分率で、62～75%のSiO₂、5～15%のAl₂O₃、4～10%のLi₂O、4～12%のNa₂O、5.5～15%のZrO₂を含み、Na₂O/ZrO₂の重量比が0.5～2.0、Al₂O₃/ZrO₂の重量比が0.4～2.5である化学強化ガラスについて開示されている。しかし、この特許では表面凹凸と耐酸性の因果関係は示されていない。さらには、この先行技術に記載のガラスは、ZrO₂を多量に含むため、ZrO₂が微細な結晶となってガラス中に析出しやすく、これが研磨後の表面に突出し、エラーやヘッドクラッシュの原因になるおそれがある。

【0006】また、特開昭62-187140号公報には、重量分率で、64～70%のSiO₂、14～20%のAl₂O₃、4～6%のLi₂O、7～10%のNa₂O、0～4%のMgO、0～1.5%のZrO₂からなる化学強化ガラスについて開示されている。しかし、この先行技術においても、表面凹凸と耐酸性の因果関係は示されていない。

【0007】特開平9-22525号公報には、磁気ディスク用ガラス基板の製造方法として、強化処理液から引き上げたガラス基板を酸を含む溶液で洗浄する工程が開示されている。しかし、この先行技術は化学強化塩のみの除去を目的としている。さらに、この特許は、基板が必要とする耐酸性については何ら触れておらず、更に、本特許で問題としているレベルの表面平滑性に関する示唆も記載も認められない。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】本発明では、酸処理により容易に高清浄度、高平滑性が得られる情報記録媒体用ガラス基板、当該情報記録媒体用ガラス基板の製造方法および当該製造方法によって得られる情報記録媒体を提供することを目的とする。

【0009】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決すべく本発明は、少なくとも一面側を記録面とした情報記録媒体用ガラス基板において、このガラス基板の耐酸性は、温度50℃、濃度0.1wt%のフッ酸に接触させた時のエッチングレートが45nm/m in以下で、且つガラス基板の少なくとも記録面の平均面粗さ(Ra)は、Ra<0.3nmとした情報記録媒体である。

【0010】ガラスを酸によりエッチングすると、ガラスの成分は一様に溶解するのではなく、酸に弱い成分が優先的に溶出し、次いで酸に強い成分が徐々に溶出す。ここで酸に弱い成分とはアルカリ、アルカリ土類、

40

50

(4)

5

アルミナ等であり、酸に強い成分はシリカ、ジルコニア、チタニアなどである。従って、酸で処理したガラスの表面を微視的に見ると、主にシリカ、ジルコニア、チタニア等の網目構造からなる多孔質層が形成される。この状態の基板に対し、前記多孔質層や油脂などの除去を目的としたアルカリ洗浄を行うと、耐酸性の低い基板では、前記多孔質層が厚く形成されており、アルカリ処理により前記多孔質層が不均一に溶解するため、小孔が頭在化して表面に凹凸が発生し、情報記録媒体に必要な平滑性を保つことができない。本発明では、酸処理後のアルカリ洗浄において基板の平滑性（表面平均粗さ）を $R_a < 0.3 \text{ nm}$ に保つためには、耐酸性の指標として、基板用ガラスの温度50°Cにおける0.1重量%フッ酸水溶液によるエッティングレートが45nm/min以下でなくてはならないことを見出した。

【0011】本発明において酸性の薬液は、研磨剤自体を溶解するか、もしくはガラス基板表面をエッティングすることにより、研磨剤を除去する役割を果たす。無機酸ではフッ酸、フッ酸とフッ化アンモニウムとの混合物、塩酸、硫酸、硝酸、リン酸など、有機酸ではスルファミン酸、ギ酸、シウ酸、クエン酸、リンゴ酸、ヒドロキシ酢酸、グルコン酸等を用いる。

【0012】また、酸洗浄のみでも表面に付着している研磨剤が除去されるので、表面は十分に平坦になる。しかしながら、研磨剤がガラス基板表面に埋まっている場合があり、このような研磨剤が酸洗浄にて除去されると、その部分が微小凹部となって残り、脆い変質層を形成する。そこで、アルカリ洗浄することで基板を穏やかにエッティングし前記微小凹部を均し、表面をより平坦化することが可能となる。

【0013】最も一般的に用いられる酸化セリウムを主成分とした研磨剤は、硫酸水溶液で溶解させることにより最も効率よく除去できる。処理に用いる硫酸の濃度が0.01重量%未満では除去能力が不足し、5重量%を超えるとガラスの微細な疵を顕在化させる原因になる。従って、硫酸の濃度は、0.01~5重量%が好ましい。この条件で平滑性を維持するためには、基板ガラスの温度50°Cにおける0.1%フッ酸によるエッティングレートが45nm/min以下であることが望ましい。

【0014】また、酸化セリウム以外の研磨剤を用いた場合であっても、フッ酸など、エッティング効果の高い酸で基板表面をエッティングすることにより、付着した研磨剤をその種類によらず除去できる。処理に用いるフッ酸の濃度が0.002重量%未満では除去能力が不足し、1重量%を超えるとガラスの微細な疵を顕在化させる原因になる。従って、フッ酸の濃度は0.002~1重量%が好ましい。この処理はガラスに高い耐酸性を要求し、平滑性を維持するためには、基板ガラスの温度50°Cにおける0.1%フッ酸によるエッティングレートが30nm/min以下であることが望ましい。

特開2001-26460

6

【0015】0.1%フッ酸によるエッティングレートが45nm/min以下との条件を満たす組成としては、モル分率で示したSiO₂とAl₂O₃の差(SiO₂-Al₂O₃)が5~6.5%以上で、SiO₂:63~70%、Al₂O₃:4~11%、Li₂O:5~11%、Na₂O:6~14%、K₂O:0~2%、Ti₂O₂:0~5%、ZrO₂:0~2.5%、R₂O:2~15%（ただしR₂O=MgO+CaO+SrO+BaOでかつ、MgO:0~6%、CaO:1~9%、SrO:0~3%、BaO:0~2%）および3%以下のその他の成分から成るもの

10 が、ガラスの溶解性および、基板の耐候性の面から好ましい。（以後、ガラス組成を示す場合、特に断らない限りモル分率を用いる。）

【0016】また、0.1%フッ酸によるエッティングレートが30nm/min以下であるとの条件を満たす組成としては、前述の組成のうち、Al-Siが58.5%以上である組成が、ガラスの溶解性および、基板の耐候性の面から好ましい。

【0017】さらに、溶解性の面からは、上述の組成のうち、TiO₂:0~3%、ZrO₂:0~2%である組成が、失透温度が低くより有利である。

20 20 【0018】組成の限定理由は次の通りである。0.1%フッ酸によるエッティングレートはモル分率で示したSiO₂-Al₂O₃に強く依存し、これを56.5%未満とした場合、その他の成分の調整でエッティングレートを45nm/min以下にするためにはアルカリ成分を極端に減らす必要がある。このような組成は溶解温度が高く、さらにはイオン交換による化学強化が困難となる。SiO₂-Al₂O₃が58.5%以下でエッティングレート30nm/min以下とする場合も同様の問題を生じる。従って、同エッティングレートを45nm/min、30nm/min以下にするには、SiO₂-Al₂O₃をそれぞれ56.5、58.5%以上にすることが好ましい。

30 30 【0019】SiO₂はガラスを構成する主要成分であり、その割合が63%未満になるとガラスの化学的耐久性が悪化する。一方、70%を超えると粘度が上がり溶融が困難になる。従ってSiO₂の割合は63%~70%が好ましい。

【0020】Al₂O₃はイオン交換による圧縮応力層の深さを増大させ、かつガラスの耐水性を向上させる成分である。その割合が4%未満では、これらの効果が十分に現れない。一方、その割合が11%を超えると粘度が上がり、かつそれ以上に液相温度が上昇し、溶解性が悪化する。従ってAl₂O₃の割合は4~11%以下、更には6~11%が好ましい。

40 40 【0021】Li₂Oはイオン交換において交換される成分であるとともに、溶解性を高める成分である。その比率が5%未満ではイオン交換後の圧縮応力が不足し、かつ粘性が高く溶融が困難になる。一方、11%を超えると基板の耐候性、耐酸性が悪化する。従って、Li₂Oの割合は5%~11%が好ましい。

50 50

(5)

7

【0022】Na₂Oはイオン交換において交換される成分であるとともに、溶解性を高める成分である。その比率が6%未満では、イオン交換後の圧縮応力が不足し、かつ粘性が高く溶融が困難になる。一方、14%を超えると耐候性、耐酸性が悪化する。従って、Na₂Oの割合は14%以下が好ましい。

【0023】K₂Oは溶解性を高める成分であるが、2%を超えると耐候性が悪化し、かつイオン交換後の表面圧縮応力が低下する。従って、K₂Oの割合は2%以下が好ましい。

【0024】TiO₂はガラスの耐候性を向上させる成分であるが、5%を超えるとガラスの液相温度が上昇し、対失透性が悪化する。従ってTiO₂の割合は5%以下が好ましく、3%以下がより好ましい。

【0025】ZrO₂はガラスの耐候性を向上させる成分であるが、2.5%を超えると溶融時に微細な結晶として析出する可能性が高まる。従ってZrO₂の割合は2.5%以下が好ましく、2%以下がより好ましい。

【0026】MgOはガラスの溶解性を高める成分であるが、6%を超えるとガラスの液相温度が上昇し、耐失透性が悪化する。従って、MgOの割合は6%以下、更には4.5%以下が好ましい。

【0027】CaOは、ガラスの溶解性を高めると共に熱膨張係数を増加させる成分であるが、2%未満ではその効果が小さい。ただし、SrOおよびBaOの何れか一方または両方が共存する場合には、CaOの効果は1%以上でよく発現する。一方7.5%を超えるとガラスの液相温度が上昇する傾向にあり、9%を超えるとそれが顕著になる。したがって、CaOの割合は1~9%、さらには2~7.5%が好ましい。

【0028】SrOは、ガラスの溶解性を高めると共に熱膨張係数を増加させる成分であり、熱膨張係数を増加

特開2001-26460

8

させる効果はCaOより高い。しかし、多量に含まれると、ガラスの比重が高くなる。

【0029】BaOは、ガラスの溶解性を高めると共に熱膨張係数を増加させる成分であり、熱膨張係数を増加させる効果はCaO、SrOより高い。しかし、多量に含まれると、ガラスの比重が高くなる。

【0030】また、MgO+CaO+SrO+BaO (R₂O) の合計量が2%より少なければ溶解性が不十分であり、15%を超えるとガラスの液相温度が上昇し、対失透性が悪化する。従って、R₂Oの合計量は2~15%、さらには2~12%が好ましい。

【0031】また、これらの成分以外に、着色、溶解時の清澄などを目的とし、例えばAs₂O₃、Sb₂O₃、SO₃、SnO₂、Fe₂O₃、CoO、Cl₁、F等、その他の成分を合計で3%を上限として加えることができる。

【0032】これらのガラス基板はリチウムを含むので、カリウム、ナトリウムもしくはその両方のイオンを含む溶融塩中でイオン交換を行い、表面に圧縮応力を与えることにより、破壊強度を向上することができる。

【0033】これらのガラス基板を用いて情報記録媒体を作製すると、表面平滑性が高く、異物による突起ないため、磁気ヘッドの浮上高さを下げることができ、高密度記録に適する。

【0034】なお、ここで記載の酸処理は、鏡面研磨工程から、記録層の成膜の直前までのいずれの時点でも実施可能である。

【0035】
【発明の実施の形態】以下に、本発明について実例を挙げて詳細に説明する。表1~表4に本特許の実施例である31種類の実施例および3種類の比較例を示す。

【0036】
【表1】

(6)

特開2001-26460

10

	累積量									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
組成、mol%										
SiO ₂	67.78	67.78	67.32	66.51	67.50	66.00	66.62	66.00	66.50	66.94
Al ₂ O ₃	7.18	7.18	7.11	7.07	6.50	9.00	8.80	8.50	9.50	9.87
Li ₂ O	5.37	5.37	5.31	5.21	8.00	8.00	6.43	8.00	8.00	7.38
Na ₂ O	11.04	11.04	10.83	12.27	3.54	7.64	10.85	8.54	12.00	8.59
K ₂ O	0.18	0.18	0.18	0.17	0.00	0.00	0.18	0.00	0.00	0.18
MgO	2.80	3.41	1.87	2.81	2.98	2.98	2.98	2.98	2.98	2.88
CaO	3.90	5.04	7.27	4.14	4.48	4.48	4.37	4.48	3.00	4.25
SiO ₂	0	0	0	1.98	0	0	0	0	0	0
BaO	1.95	0	0	0	0	0	0	0	0	0
TiO ₂	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
ZrO ₂	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
SiO ₂ -Al ₂ O ₃	60.60	60.60	60.21	59.24	59.00	59.00	58.02	57.50	57.00	56.97
RO	16.60	16.60	16.48	17.65	16.54	15.54	17.46	16.54	21.08	16.12
RO	8.45	8.45	8.94	8.93	7.46	7.46	7.23	7.46	3.00	7.13
溶融温度 T _m 、℃	1516	1635	1501	1477	1563	1580	1543	1535	1530	1676
析出温度 T _s 、℃	1035	1047	1029	1022	1039	1039	1050	1046	1009	1048
液相温度 T _l 、℃	1020	1023	1023	1024	1041	1004	1003	1245	1038	
T _m -T _l 、℃	103以上	27	6	72以上	55	28	46	43	79以上	30
密度、g/cm ³	2.58	2.47	2.49	2.56	2.47	2.46	2.47	2.49	2.47	2.47
平均熱膨脹率、×10 ⁻⁶ ℃ ⁻¹ 、50～350℃	89	93	94	93	89	89	92	88	94	87
エントシグレート、mW/min、50℃ 0.1Wブツ数	13	12	14	13	21	21	31	32	38	42
洗净後表面粗さ、R _a 、nm	0.26	0.26	0.27	0.27	0.28	0.28	0.27	0.26	0.28	0.29
凸部数、3mm以上、箇数/50x50 μm	15	10	13	18	15	13	17	14	14	18
	18	12	14	19	13	10	19	18	50	368

【表2】

(7)

特開2001-26460

12

		電気熱									
		11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
SiO ₂	07.61	07.22	06.02	04.84	04.84	03.84	03.84	03.84	03.84	03.84	03.84
Al ₂ O ₃	5.83	6.87	6.87	5.87	5.87	7.07	7.07	6.87	6.87	7.01	5.83
Li ₂ O	5.43	7.38	7.38	7.38	7.38	7.38	7.38	7.38	7.38	5.46	8.47
Na ₂ O	12.69	12.05	12.05	11.58	10.58	10.58	10.58	10.58	10.58	9.75	8.85
K ₂ O	0.18	0.00	0.00	0.18	0.18	0.18	0.18	0.18	0.18	0.00	2.00
MgO	0.86	1.88	4.28	2.88	5.38	1.38	2.88	1.38	2.88	2.84	0.88
CaO	7.32	4.55	2.75	7.25	5.75	1.75	4.25	6.35	4.34	7.32	
SiO ₂ -Al ₂ O ₃	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
BaO	0	0	0	0	0	4	0	0	0	0	0
TiO ₂	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
ZrO ₂	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
SiO ₂ -Al ₂ O ₃	61.58	60.35	59.75	58.97	58.97	58.97	62.97	58.55	61.41	61.58	
R ₂ O	18.28	19.43	19.43	18.11	18.11	18.11	18.11	18.11	18.11	17.24	18.28
RO	8.21	6.43	7.03	10.13	11.13	7.13	7.13	8.23	7.28	8.21	
溶融温度 T _m 、°C	-	1503	1532	-	-	1511	1539	1491	1551	-	
竹葉温度 T _b 、°C	-	1008	1012	-	-	1008	1008	1002	1084	-	
混相温度 T _c 、°C	1017	945	924	1008	1036	925	923	961	996	1013	
T _r -T _c 、°C	-	61	88	-	-	83	85	41	68	-	
密度、g/cm ³	2.60	2.47	2.47	2.51	2.50	2.61	2.46	2.49	2.46	2.48	
平均脱離強度、×10 ⁻² C ⁻¹ 、50～350°C	98	98	98	98	98	98	98	98	98	98	
エンチナード、mm/min、50°C 0.1K フッ素	13	16	18	26	26	33	6	23	20	8	
洗浄後表面粗さ、R _a 、nm	0.28	0.28	0.29	0.27	0.28	0.28	0.27	0.28	0.25	0.29	
山部数、3mm以上、個/50h50μm	10	12	16	22	22	9	21	8	14		
山部数、3mm以上、個/50h50μm	12	36	43	12	18	69	35	14	132	36	

【表3】

(8)

特開2001-26460

14

13

	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31
SiO ₂	67.92	67.84	66.84	67.18	65.52	66.84	66.84	66.84	66.84	67.84	67.51
Al ₂ O ₃	6.87	6.87	7.01	8.87	7.97	7.97	7.97	7.97	7.97	6.87	5.93
Li ₂ O	0.88	7.38	9.57	7.98	7.98	6.38	7.38	7.38	7.38	7.38	5.43
Na ₂ O	10.66	10.66	10.59	8.73	10.56	10.09	11.58	10.56	10.56	10.56	12.69
K ₂ O	0.00	0.18	0.18	0.00	0.00	0.00	0.18	0.18	0.18	0.18	0.18
MgO	3.08	0.88	2.88	2.94	3.08	2.38	2.88	1.98	2.38	2.88	5.94
CaO	2.76	6.25	4.34	4.55	3.26	4.25	5.25	3.25	4.25	4.25	2.27
SiO	0	0	0	0	0	1.5	0	0	0	0	0
BaO	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
TiO ₂	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
ZrO ₂	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
SiO ₂ -Al ₂ O ₃	60.95	60.97	59.97	60.17	56.65	58.97	58.97	58.97	58.97	60.97	61.58
R ₂ O	19.43	18.11	18.11	18.48	17.93	18.11	18.11	18.11	18.11	18.11	18.29
RO	5.83	7.13	7.13	7.28	7.63	7.13	7.13	7.13	7.13	7.13	8.21
溶融温度 T _m , °C	1548	—	1540	1551	1536	1504	1531	1527	1516	1540	1540
作業温度 T _w , °C	1005	—	1024	1005	1030	1035	1037	1016	1050	1014	1043
液相温度 T _L , °C	910	1008	950	968	995	938	982	971	923	983	971
T _{w-T_L} , °C	95	—	34	37	35	87	65	46	121	51	72
密度 ρ / g/cm ³	2.46	2.48	2.47	2.46	2.46	2.49	2.47	2.48	2.47	2.47	2.47
平均熱膨脹係数 ×10 ⁻⁶ °C ⁻¹ , 50~350°C	93	92	92	91	90	84	92	94	80	93	93
エンチ・ブレート、nm/min, 50°C 0.18727度	14	13	23	13	35	20	24	22	18	12	10
洗浄後表面粗さ、R _a nm	0.29	0.38	0.28	0.29	0.26	0.28	0.27	0.28	0.25	0.28	0.27
山部板、3mm以上、 幅/50×50 μm	77個、0.005%	0.26	0.26	0.26	0.12	0.30	0.28	0.28	0.28	0.28	0.28
山部板、3mm以上、 幅/50×50 μm	11	10	15	18	23	14	14	15	9	11	11
山部板、3mm以上、 幅/50×50 μm	54	20	9	35	188	95	10	9	18	33	27

〔表4〕

(9)

特開 2001-26460

15

16

組成、mol%	比較例		
	1	2	3
SiO ₂	85.87	66.00	64.20
Al ₂ O ₃	9.84	11.00	11.30
Li ₂ O	7.38	8.00	8.20
Na ₂ O	9.56	9.05	8.30
K ₂ O	0.18	0.00	2.00
MgO	2.88	2.38	2.00
CaO	4.25	3.57	6.00
SrO	0	0	0
BaO	0	0	0
TiO ₂	0	0	0
ZrO ₂	0	0	0
SiO ₂ -Al ₂ O ₃	58.03	55.00	52.80
R ₂ O	17.12	17.05	16.50
RO	7.13	5.95	8.00
溶融温度 T _m 、°C	1556	1590	1578
作業温度 T _w 、°C	1055	1075	1093
液相温度 T _L 、°C	1016	987	1075
T _w -T _L 、°C	39	88	18
密度、g/cm ³	2.47	2.47	2.49
平均熱膨張係数、 $\times 10^{-7} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ 、50~350°C	89	87	91
エッティングレート、nm/min、50°C 0.1%フッ酸	57	113	174
洗净後表面粗さ、R _a 、nm	硫酸、1% フッ酸、0.005%	0.41 0.28	0.49 0.28
凸部数、3nm以上、個/50x50 μm	硫酸、1% フッ酸、0.005%	26 583	39 835
			70 1621

【0037】基板ガラスの母材は次のようにして作製した。表1~4に示した組成となるように通常のガラス原料であるシリカ、アルミナ、炭酸リチウム、炭酸ナトリウム、塩基性炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム、炭酸カリウム、炭酸ストロンチウム、炭酸バリウム、チタニア、ジルコニアなどを用いてバッチを調合した。調合したバッチは白金ルツボを用いて1550°Cで4時間保持し、鉄板上に流し出した。このガラスを550°Cで2時間保温した後、10時間かけて450°Cまで徐々に温度を下げ、その後電源を切り、室温まで放冷して試料ガラスとした。

【0038】試料ガラスの特性として、溶融温度 T_m ($\log \eta = 2$ の温度)、作業温度 T_w ($\log \eta = 4$ の温度)、液相温度 T_L、作業温度と液相温度の差 T_w-T_L、50~350°Cの平均熱膨張係数の測定結果を表1~4に示す。高温域の粘性は白金球引き上げ式自動粘度測定装置にて測定した。

【0039】液相温度は次のようにして測定した。試料ガラスを粉碎し、2380 μmのフルイを通過し、1000 μmのフルイ上に留まったガラス粒をエタノールに浸漬し、超音波洗浄した後、高温槽で乾燥させた。幅12mm、長さ200mm、深さ10mmの白金ポート上に前記ガラス粒25gをほぼ一定の厚さになるように入れ、930~1180°Cの勾配炉

30 内に2時間保持した後、炉から取り出し、ガラス内部に発生した失透を40倍の光学顕微鏡にて観察し、失透が観察された最高温度をもって液相温度とした。また、熱膨張係数は、試料ガラスを直径5mm、長さ15mmの円筒形状に研削加工し、それを市販の熱膨張率測定装置を用いて測定した。

【0040】これらの実施例はいずれも T_m<1580°C、T_w<1100°CかつT_L<T_wであるので溶解性、成形性に優れ、従って異物、反りなどのない高品質の基板が得られる。

【0041】50°Cの温度下で、0.1重量%のフッ酸を用いてエッティングを行った場合の1分間あたりのエッティングレートを表1~4に示す。エッティングレートは次のようにして測定した。

【0042】上記試料ガラスを外径65mm×内径20mmのドーナツ状に切り出し、鏡面研磨 (Ra=0.25μm以下) して厚さ0.635mmとし、その後純水で洗净してサンプル基板とした。この基板の一部にマスキングを施した後、50°Cの0.1%フッ酸に2.5分間浸漬し、水洗した後にマスキングを剥がし、マスキング部分とエッティング部分の境界の段差を表面凹凸計 (TENCOR INSTRUMENT 製 α-STEP500) により測定し、エッティングレートを算出した。

50

(10)

17

【0043】また、各組成の基板を2種類の条件で処理した場合の表面粗さRaを表1～4に示す。Raは次の方法により測定した。エッティングレート測定用基板と同様の手順により作製した基板を表1～4に示した50°Cの酸性溶液に2.5分間浸漬し、その後50°Cのアルカリ溶液(KOH水溶液、pH11)に2.5分間浸漬した。これを純水中で洗浄、乾燥した後、走査型プローブ顕微鏡(SPM-SII製 SPI3700)を用いて $5\mu\text{m} \times 5\mu\text{m}$ の視野を観察し、平均面粗さRaを算出した。ここでのRaとは、JIS B 0601で定義される中心線平均粗さを面に適用できるよう3次元に拡張したものであり、次式により算出した。

【0044】

【数1】 $R_a = (1/n) \sum_{i=1}^n |Z_i - Z_0|$

n : 顕微鏡のデータ点の数

abs : 絶対値

Z_i : i番目のデータ点の高さZ₀ : 全Z_iの平均値

【0045】表1～4のうち、温度50°Cの0.1%フッ酸によるエッティングレートと洗浄処理後の表面粗さとの関係を示したグラフを図1に示す。処理に用いる酸の種類にもよるが、エッティングレートが30～60nm/minの領域で、洗浄処理後のガラスの表面粗さが大きく変化する。エッティングレートが30nm/min、45nm/minを超えるガラスを、それぞれ0.005%フッ酸、1%硫酸で処理した場合、処理後のRaを目標とした表面凹凸のレベルであるRa=0.3nm未満に保つことができない。

【0046】表1～4のうち、SiO₂-Al₂O₃と、0.1%フッ酸によるエッティングレートとの関係を示したグラフを図2に示す。エッティングレートとSiO₂-Al₂O₃は非常に強い相関を持つ。エッティングレートが45、30nm/minとなるSiO₂-Al₂O₃の値はそれぞれ5.6.5および58.5%である。

【0047】比較例は、0.1%フッ酸によるエッティングレートが60nm/minを超える。そのため酸処理後の表面粗さRaが0.3nm以上になる。比較例では、酸処理によって異物を除去し、さらに洗浄後の平滑性を保つのは実質的に不可能である。

【0048】これに対し、実施例1～31は、0.1%フッ酸によるエッティングレートが45nm/min以下である。従って1%以下の硫酸を用いて表面の異物を除去した後の表面粗さをRa=0.3nm以下に保つことができる。

【0049】さらに、実施例1～6は、0.1%フッ酸によるエッティングレートが30nm/min以下である。従って0.005%フッ酸を用いて表面の異物を除去した後の表面粗さをRa=0.3nm未満に保つことができる。

【0050】また実施例1～31および比較例1～3の組成のガラスについて、上述の表面粗さ測定と同様の手順で50°Cの0.005%フッ酸に2.5分間、その後アルカリ溶液(KOH水溶液、pH11)に浸漬してサンプルを作製した。これを走査型プローブ顕微鏡を用いて $50 \times 50\text{ nm}$ の視野で観察し、表面に存在する高さ3nm以上の凸部をカウントした。その結果を表1～4に示す。実施例1～31のガラスは、耐酸性が十分に高いので、酸による荒れが起こらず高さ3nm以上の凸部の数が500個以下であった。次いで、実施例10の組成のガラスについて、上記のフッ酸への浸漬を行わず、アルカリ溶液(KOH水溶液、pH11)にのみ浸漬してサンプルを作製し、上記同様に高さ3nm以上の凸部をカウントした。その結果、凸部の数は4100個/50μm²であった。この結果を実施例10(フッ酸に浸漬した場合)の366個/50μm²と比較すると、酸洗浄を行うことにより、50μm×50μmのエリア内での高さ3nm以上の凸部の数が500個以下になることが判明。また、実施例10において、酸洗浄の前後でガラスに付着するセリウムの量を測定したところ、洗浄前が32μg、洗浄後が0.6μgであり、酸洗浄によるセリウムの除去率は98%であった。このことから、高さ3nm以上の凸部の多くがガラス表面に残っている研磨剤であり、それが酸洗浄により効率的に除去されていることが判明。

10

20

30

40

50

特開2001-26460

18

【0051】さらに、本実施例に記載のガラスを、380°Cに加熱したKNO₃:NaNO₃=80:20の混合溶融塩に1時間浸漬して化学強化した後、偏光顕微鏡により圧縮応力層の厚みを観察した。これらのいずれも、厚さ50μm以上の圧縮応力層が得られ、化学強化に適した組成であることが示された。

【0052】次いで、本特許の実施例の実際の情報記録媒体用基板への適用について記す。エッティングレート測定用サンプルと同様の工程により、外径65mm×内径20mm、厚さ0.635mm、表面荒さR_a=0.25nmのディスクを作製した。

【0053】このディスクを温度50°Cの0.005%フッ酸により洗浄して表面の異物を除去し、さらに温度50°C、pH11のKOH水溶液、超純水で順次洗浄することにより清浄な平滑面を得た。

【0054】さらに、この本実施例に記載のガラスを、380°Cに加熱したKNO₃:NaNO₃=80:20の混合溶融塩に1時間浸漬して化学強化し、情報記録媒体用基板とした。

【0055】次に以上のようにして作製した情報記録媒体用基板を用いて、情報記録媒体を以下のように作製した。

【0056】上記の情報記録媒体用基板に、下地層としてCrを、記録層としてCo-Cr-Taを、保護層としてCを、それぞれスパッタリング法を用いて形成した。さらに潤滑層を形成して、情報記録媒体を得た。

【0057】このようにして得た媒体をランプロード方式のディスクドライブに接続し、4,500回転で連続動作試験を行った。その結果、異物とヘッドの衝突によるエラー、ヘッドのクラッシュは発生せず、低グライド

(11)

19

ハイドロ磁気ディスクドライブに好適であることが確認された。

【0058】

【発明の効果】以上のように、本発明の情報記録媒体基板用ガラス基板は、温度50℃、濃度0.1wt%のフッ酸に接触させた時のエッチングレートが45nm/m^{1/2}以下であるので、基板表面に付着した異物を酸処理によって除去でき、この酸処理とアルカリ処理を組み合わせることで、記録面の微小凹凸面の平均面粗さ（Ra）をRa<0.3nmとすることができる。その結果、エ^{*}10

特開 2001-26460

20

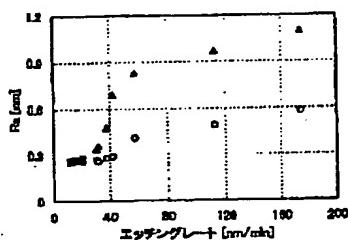
* ラー率の低い優れた高密度情報記録装置を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

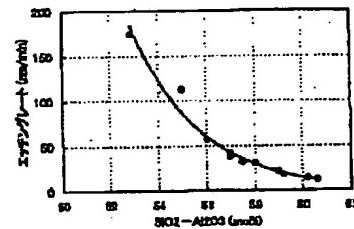
【図1】温度50℃の0.1%フッ酸によるエッチングレートと酸処理およびアルカリ洗浄を実施した後の基板表面のRaとの関係。▲は酸処理に0.005%フッ酸を用いた場合、○は1%硫酸を用いた場合のRaである。

【図2】温度50℃の0.1%フッ酸によるエッチングレートとSiO₂-Al₂O₃の関係を示す図

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(51) Int.Cl.

G 11 B 5/73
5/84

識別記号

F I

C 11 B 5/73
5/84

マーク(参考)

Z

(72)発明者 山本 信行

大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号
日本板硝子株式会社内

(72)発明者 斎藤 喜弘

大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号
日本板硝子株式会社内

(72)発明者 三谷 一石

大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号
日本板硝子株式会社内

(72)発明者 安宅 功一

大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号
日本板硝子株式会社内

(72)発明者 松野 好洋

大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号
日本板硝子株式会社内

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.